

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-324885

(43)Date of publication of application : 08.12.1998

(51)Int.Cl. C10M139/00
 C10M135/18
 C10M135/22
 C10M141/08
 //(C10M141/08
 C10M139:00
 C10M135:22)
 C10N 10:12
 C10N 30:06
 C10N 40:02
 C10N 50:10

(21)Application number : 09-147079

(71)Applicant : COSMO SOGO KENKYUSHO:KK
 COSMO OIL CO LTD

(22)Date of filing : 22.05.1997

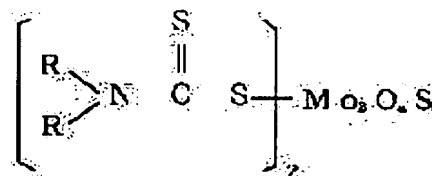
(72)Inventor : ASAKAWA AKIRA

(54) GREASE COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a grease compsn. excellent in load bearing properties and abrasion resistance by compounding a base oil, a thickener, a molybdenum dithiocarbamate, and a polysulfide.

SOLUTION: A mineral-oil-based lube oil, a synthetic lube base oil, etc., pref. having a viscosity (40° C) of 80-400 mm/s, are used as the base oil (A). A lithium soap is pref. as the thickener (B). The molybdenum dithiocarbamate (C) is represented by the formula (R is 1-18C alkyl; a+b is 4; and b is 1-4) and is pref. a powder having an average particle size of 2-50 μm at normal temp. A polysulfide (D) represented by the formula: R1-Sc-R2 (R1 and R2 are each an 8-16C hydrocarbon group; and c is 2-7) is used, di-tert-dodecyl polysulfide being pref. the amts. of ingredients A and B compounded are 70-95 mass.% and 5-30 mass.%, respectively, of the sum of these two ingredients. The amts. of ingredients C and D compounded are 5-20 mass.% and 3-20 mass.%, respectively, of the compsn.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 12.12.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-324885

(43) 公開日 平成10年(1998)12月8日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 1 0 M 139/00

C 1 0 M 139/00

Z

135/18

135/18

135/22

135/22

141/08

141/08

// (C 1 0 M 141/08

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平9-147079

(22) 出願日

平成9年(1997)5月22日

(71) 出願人 000130189

株式会社コスモ総合研究所

東京都港区芝浦1丁目1番1号

(71) 出願人 000105567

コスモ石油株式会社

東京都港区芝浦1丁目1番1号

(72) 発明者 浅川 明

埼玉県幸手市権現堂1134-2 株式会社コ

スモ総合研究所研究開発センター内

(74) 代理人 弁理士 折口 信五

(54) 【発明の名称】 グリース組成物

(57) 【要約】

【課題】 潤滑性能を保持しつつ、高い荷重のかかる建設機器用重機、鉄道車両、軍用車両、重量物運搬車等の潤滑箇所に使用した場合にも、摩耗が起こりにくい優れたグリース組成物を提供する。

【解決手段】 基油、増ちょう剤、モリブデンジチオカーバメート及びポリサルファイドを含有させる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基油、増ちょう剤、モリブデンジチオカーバメート及びポリサルファイドを含有していることを特徴とするグリース組成物。

【請求項2】 モリブデンジチオカーバメートを5～20質量%含有し、ポリサルファイドを3～20質量%含有している請求項1記載のグリース組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高荷重下における潤滑性および耐摩耗性に優れるグリース組成物に関し、詳しくは負荷荷重の高い建設機械用重機（ショベルカー、クレーン車等のアーム支持部の回転、変角部位軸受け）、鉄道車両、軍用車両、重量物運搬車等の摩擦箇所

【0002】

【従来の技術】建設機械用重機などの潤滑箇所には高い荷重がかかり、摩耗が起こり易い。このような潤滑箇所では、駆動効率を上げ、更には機械寿命を延ばすために、摩耗を防ぐことが極めて重要である。一般に、極圧性能を有し、建設重機等以外に使用されるグリースは、耐荷重性能試験における融着荷重が2000～3000N程度であり、高荷重のかかる建設重機への使用は、必ずしも適切ではない。このような耐荷重性を要求される潤滑箇所には、二硫化モリブデン、グラファイト等を含む極圧性を主体としたグリースが用いられていたが、上記添加剤を含有するグリースは、黒色であり、美観を損なうため、外観上好ましくなく、さらに作業者の被服および身体に付着した場合、汚れが落ちないという欠点を有している。

【0003】また、固体潤滑剤等の無機化合物を添加することにより、耐荷重性能を向上させたものがあるが、これは、無機化合物であるため、潤滑油へのなじみもあまり良くなく、潤滑性に劣るという問題がある。そこで、良好な潤滑性能および極圧性能を有するモリブデン化合物、チオリン酸亜鉛、硫黄化合物等、従来より極圧剤として使用されている種々の化合物を添加剤として用い、高荷重下においても、融着摩耗しない高い極圧性能を有するグリースが要望されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記従来技術の状況に鑑みてなされたものであり、産業の効率化および省資源化により更に重量物体を取り扱う場合にも耐え、長寿命をもたらすことのできるグリース組成物、すなわち潤滑性能を保持しつつ、高い荷重のかかる建設機器用重機、鉄道車両、軍用車両、重量物運搬車等の潤滑箇所に使用した場合にも、摩耗が起こりにくい優れたグリース組成物を提供することを目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討した結果、添加剤として摩擦熱により分解するモリブデンジチオカーバメートに着目し、更に鋭意研究した結果、基油および増ちょう剤からなる基グリースに、モリブデンジチオカーバメートとポリサルファイドを配合することにより、相乗効果を生じて大幅に耐荷重性および耐摩耗性が向上することを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、基油、増ちょう剤、モリブデンジチオカーバメート及びポリサルファイドを含有していることを特徴とするグリース組成物を提供するものである。以下、本発明を詳細に説明する。

【0006】

【発明の実施の形態】本発明のグリース組成物において使用される基油としては、通常グリースに使用される鉱油系潤滑油基油、合成系潤滑油基油又はこれらの混合系のものなどの種々の潤滑油基油が用いられるが、40℃における粘度の値が、高い方が好ましく、特に好ましくは、 $80 \sim 400 \text{ mm}^2/\text{s}$ である。鉱油系潤滑油基油としては、例えば原油の潤滑油留分を溶剤精製、水素化精製など適宜組み合わせ精製したものが挙げられる。

【0007】合成系潤滑油基油としては、例えば炭素数3～12の α -オレフィンの重合体である α -オレフィンオリゴマー、2-エチルヘキシルセバケート、ジオクチルセバケートを始めとするセバケート、アゼレート、アジペートなどの炭素数4～12のジアルキルジエステル類、1-トリメチロールプロパン、ペンタエリスリールと炭素数3～12の一塩基酸から得られるエステルを始めとするポリオール類、炭素数9～40のアルキル基を有するアルキルベンゼン類、ブチルアルコールをプロピレンオキシドと縮合させることにより得られるポリグリコールなどのポリグリコール類、約2～5個のエーテル連鎖及び約3～6個のフェニル基を有するポリフェニルエーテルなどのフェニルエーテル類などが挙げられる。上記鉱油系潤滑油基油及び合成系潤滑油基油は1種単独であるいは2種以上を混合して使用することができる。基油の量は、要求特性に応じて適宜選定することができるが、基油と増ちょう剤から成る基グリースに対して通常70～95質量%の範囲であり、好ましくは80～90質量%の範囲である。

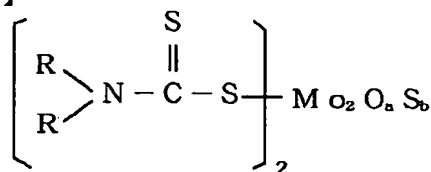
【0008】本発明のグリース組成物において使用される増ちょう剤としては、アルミニウム、バリウム、カルシウム、リチウム、ナトリウム、複合リチウム、複合カルシウム、複合アルミニウムなどの石けんを基材とする増ちょう剤、ウレア、テレフタラメート、ペントナイトなどの増ちょう剤などが挙げられるが、好ましくは、リチウム石けんである。これらの増ちょう剤は、1種単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。増ちょう剤の量は、特に限定されるものではないが、基油と増ちょう剤から成る基グリースに対して通常

3

5～30質量%であり、好ましくは10～20質量%である。本発明のグリース組成物に使用されるモリブデンジチオカーバメートは、

【0009】

【化1】



【0010】（式中、Rは炭素数1～18のアルキル基であり、4つのRはそれぞれ同一でも異なってもよく、a+b=4であり、bは1～4である）で表されるモリブデンジチオカーバメートを使用することができる。上記式中、bは2～3が好ましく、特にbは3が好ましい。モリブデンジチオカーバメートの好適な具体例としては、b=3が10%以上、好ましくは15%以上含んでいるものが挙げられる。Rは、炭素数1～18のアルキル基であるが、好ましくは炭素数2～8のアルキル基であり、特に好ましくは炭素数4のアルキル基である。モリブデンジチオカーバメートは、常温で粉末状のものが好ましい。モリブデンジチオカーバメート粉末の平均粒径は、通常2～50μmの範囲が好ましく、特に10～30μmの範囲が好ましい。炭素数が8以上のものは、常温で液体状となり、良好な耐荷重性能が得られない。

【0011】b=1以下のものは、潤滑性、熱安定性が低下し、b=4のものは、潤滑性、熱安定性は向上するが、金属腐食性が高くなるため好ましくない。これらのモリブデンジチオカーバメートは、1種単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。モリブデンジチオカーバメートの含有割合は、グリース組成物中に5～20質量%が好ましく、特に5～15質量%が好ましい。5質量%未満の場合、耐荷重性能が低下し、20質量%を超える場合、基グリースの相対的減少により、潤滑性の低下をまねくおそれがある。本発明のグリース組成物に使用されるポリサルファイドは、

【0012】

【化2】R¹-S_c-R²

【0013】（式中、R¹およびR²は、炭素数8～16の炭化水素基であり、それぞれ同一でも異なってもよく、cは2～7の整数である）で表されるポリサルファイドを使用できる。R¹およびR²の炭化水素基としては、たとえばアルキル基、アルケニル基、アリール基、アラールキル基、シクロアルキル基などが挙げられるが、アルキル基が好ましく、特に四級炭素原子を有するアルキル基が好ましく、さらにターシャリーアルキル基が好ましい。R¹およびR²の炭化水素基の炭素数は、10～14の範囲が好ましい。R¹およびR²の炭化水素基の特

4

に好ましい具体例はジターシャリードデシルポリサルファイドである。cは、2～5の範囲が好ましい。ポリサルファイドの含有割合は、グリース組成物中に3～20質量%が好ましく、特に3～15質量%が好ましい。3質量%未満の場合、良好な耐荷重性能が得られず、20質量%を超える場合、基グリースの相対的減少により、潤滑性の低下をまねくおそれがあるとともに、銅板腐食性が低下することがある。

【0014】本発明のグリース組成物においては、上記の各成分の他に、メチルジクロステアレート、トリクレジルフォスフェート、トリフェニルフォスファイト、ジアミルジチオカルバミン酸鉛、グラファイト、二硫化モリブデン、硫化アンチモン、ホウ素化合物、ポリテトラフルオロエチレンなどの極圧剤、ジフェニルアミン、2, 6-ジターシャリーブチル-p-ヒドロキシトルエン、オクチレーテッドジフェニルアミン、フェニル-α-ナフチルアミン、4, 4'-テトラメチルジアミノジフェニルメタンなどの酸化防止剤、ジノニルナフタレンスルホン酸バリウムなどのバリウムスルホネート、亜硝酸ナトリウム、石油スルホネート、ポリオキシエチレンソーヤアミン、ソルビタンモノオレエートなどの防錆剤、ポリメタアクリレートなどの粘度指数向上剤、流動点降下剤、粘着付与剤、染料などの各種添加剤を含有させることができる。ただし、本発明のグリース組成物においては、グリセリンを含有しないことが好ましく、また、アルカリ金属ほう酸塩水和物を含有しないことが好ましい。

【0015】本発明のグリース組成物においては、モリブデンジチオカーバメートとポリサルファイドを併用することにより、耐荷重性および耐摩耗性が大幅に向上されるが、このモリブデンジチオカーバメートとポリサルファイドとの相乗効果は、液体のモリブデンジチオカーバメートでは効果を発揮しないことから、粉末状のモリブデンジチオカーバメートが高温で分解される条件下で、局所的に高濃度となったモリブデンジチオカーバメートとポリサルファイドの激しい摩擦により、MoO₃、MoS₂等の皮膜が生成し、これが耐荷重性および耐摩耗性に有効に働いていることによるものと考えられる。

【0016】次に、本発明のグリース組成物の調整方法を説明する。本発明のグリース組成物は、上記各成分を混合することにより調整することができる。各成分の添加順序は、特に制限されるものではなく、適宜添加すればよいが、基油と増ちょう剤からなる基グリースを予めグリース釜で調整しておき、これに他の各成分を添加して混合することが好ましい。なお、基グリースの調整は、基油と増ちょう剤を単に混合する方法により行ってもよいが、増ちょう剤の前駆体を基油中に混合分散させた後、前駆体を反応させて増ちょう剤を生成させ、基油中に増ちょう剤を分散する方法によるのが好ましい。

本発明のグリース組成物は、転がり軸受、滑り軸受、滑り面、歯車などの潤滑箇所を始め、グリースが適用できるあらゆる潤滑箇所に使用することができる。特に、本発明のグリース組成物は、荷重が大きい潤滑箇所、すなわち、建設機器用重機であるショベルカー、クレーン車等のアーム支持部の回転、変角部位軸受けなどの潤滑箇所に使用すると、有効である。

【0017】

【実施例】次に、本発明を実施例により具体的に説明する。ただし、本発明は、これらの例によって何ら限定されるものではない。本発明の実施例における試験方法は、次の方法により行った。

(1) 耐荷重性および耐摩耗性評価

耐荷重性および耐摩耗性は、ASTM D 2596により測定した。なお、測定条件は、下記の条件により行った。

試験条件

試験機：シェル四球試験機

試験球：JIS SUJ-2（呼び直径 1/2インチ）

荷重：1960～6080N

1試験毎に2450、3090、3920、4900、6080Nと増加する。

回転数：1760rpm

温度：室温

時間：10秒

評価：摩耗痕径測定および融着の有無

【0018】(2) 基グリースの調製

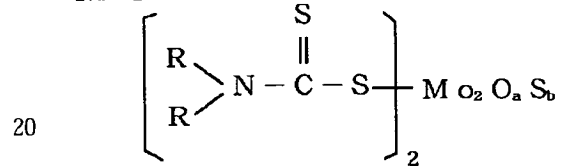
本発明の実施例及び比較例において使用する基グリースは、次の方法により調製した。耐熱容器に基油として精製鉱油（100℃の動粘度：6cst）を用い、増ちょう剤として12-ヒドロキシステアリン酸を投入し、加熱する。次に水酸化リチウム水溶液を約70℃付近添加し、けん化反応によりリチウム-12-ヒドロキシステアレートを生感させる。さらにこれを加熱し、溶解させ、基油で急冷を行うことによりリチウム-12-ヒドロキシステアレートの結晶を最適なものとした。ついで、約90℃で各種添加剤を加え、攪拌混合し、分散させ真空脱泡することによりリチウム-12-ヒドロキシステアレートを基油中に均一に混合分散せたりチウムグリースを調製した。

【0019】（実施例1～4及び比較例1～5）実施例

1～4及び比較例1～5は、調製した上記基グリースに表1及び表2に示された各種添加剤を添加し、60～85℃で約2時間、加熱攪拌し、分散させた後、脱泡して、ちょう度がNo. 2グレード（JIS K 2220）のグリース組成物を得た。表1に実施例1～4の調製したグリースの成分組成とその耐荷重性能評価を行った結果を示し、表2に比較例1～5の調製したグリースの成分組成とその耐荷重性能評価を行った結果を示す。また、表3に実施例1及び3と比較例2、4、5の調整したグリースの成分組成と荷重2450Nでの耐摩耗性能評価を行った結果を示す。鉱油は40℃における粘度が83.7mm/sのものを使用した。MoDTCは、下記の構造を持つ混合物からなる常温で粉末状のものであり、その平均粒径は15μmである。

【0020】

【化3】

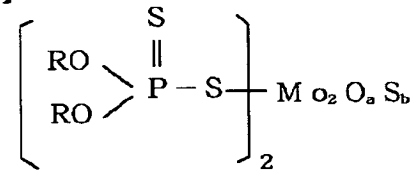


【0021】〔式中、Rはブチル基であり、a+b=4、（a=2、b=2が80%、a=1、b=3が15～20%）〕

また、DTDPSは、ジターシャリドデシルトリサルファイドであり、MoDTPは、モリブデンジチオホスフェイトであり、下記の構造を持つ混合物である。

【0022】

【化4】



【0023】〔式中、Rはオクチル基であり、a+b=4、（a=2、b=2が75%、a=1、b=3が25%）〕

【0024】

【表1】

(5)

特開平10-324885

7

8

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
組成 質量%	基油				
	鉱油	76.7	68.2	71.6	78.4
	増ちょう剤				
	リチウム石けん	11.5	10.2	10.7	11.8
	MoDTC	5.0	10.0	8.0	5.0
	DTDPS	5.0	10.0	8.0	8.0
	その他の添加剤	1.8	1.6	1.7	1.8
性能	融着荷重 (N)	6080	6080	6080	6080

【0025】

* * 【表2】

		比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5
組成 質量%	基油					
	鉱油	76.7	76.7	80.1	81.0	81.0
	増ちょう剤					
	リチウム石けん	11.5	11.5	12.0	12.1	12.1
	MoDTC		5.0	3.0	5.0	
	MoDTP	5.0				
	DTDPS	5.0		3.0		5.0
	SP系添加剤		5.0			
	その他の添加剤	1.8	1.8	1.9	1.9	1.9
性能	融着荷重 (N)	4900	2450	3920	3090	3090

【0026】

※ ※ 【表3】

		実施例1	実施例3	比較例2	比較例4	比較例5
組成 質量%	基油					
	鉱油	76.7	71.6	76.7	81.0	81.0
	増ちょう剤					
	リチウム石けん	11.5	10.7	11.5	12.1	12.1
	MoDTC	5.0	8.0	5.0	5.0	
	DTDPS	5.0	8.0			5.0
	SP系添加剤			5.0		
	その他の添加剤	1.8	1.7	1.8	1.9	1.9
性能	摩耗痕径 (mm)	1.0	0.8	4以上 (融着)	3.1	2.0

【0027】上記表1及び表2の記載から、特定のモリ 50 ブデンジチオカーバメートとジターシャリードデシルポ

リサルファイドを組合せたグリース組成物は、耐荷重性能および耐摩耗性能が著しく良く、相乗効果があることが分かる。

【 0 0 2 8 】

【発明の効果】本発明のグリース組成物は、耐荷重性お*

* よび耐摩耗性に優れており、融着摩耗の起こりやすい建設機械用重機、鉄道車両、軍用車両、重量物運搬車等の潤滑箇所に使用することができる。従って、本発明のグリース組成物は、実用上極めて有用である。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

識別記号

F I

C 1 0 M 139:00

135:22)

C 1 0 N 10:12

30:06

40:02

50:10